





POWDERY LACQUER AND COATING AND BONDING OBTAINED BY USING THE SAME

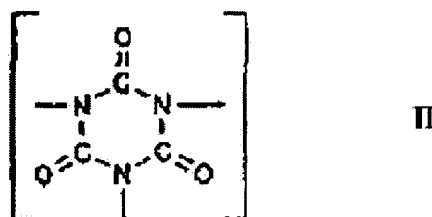
Patent number: JP9176572
Publication date: 1997-07-08
Inventor: ERUMAARU BUORUFU
Applicant: HUELS CHEMISCHE WERKE AG
Classification:
- international: C09D175/04; C09D175/04; C09D5/03; C09J175/04;
C08G18/32; C08G18/42; C08G18/58; C08G18/72
- european:
Application number: JP19960335824 19961216
Priority number(s): DE19951047205 19951218

Also published as:

 EP0780416 (A1)
 US5919568 (A1)
 JP9176572 (A)
 DE19547205 (A1)

Abstract not available for JP9176572
Abstract of correspondent: **US5919568**

A power coating and a substrate coated with the coating are provided, wherein the coating contains a mixture of A) a pulverulent polyisocyanate component which is a solid at temperatures of less than 50 DEG C. and a liquid at temperatures above 160 DEG C., of the formula I where R, R1 and n are as described herein, and B) a pulverulent, organic polyhydroxy component which is a solid at temperatures of less than 50 DEG C. and a liquid at temperatures above 160 DEG C. and having a ratio of secondary to primary OH groups of at least 3.1, wherein components A and B are present in a ratio of equivalents of NCO:OH groups of from 0.5:1 to 1.3:1, and wherein component B is selected from the group consisting of bisphenol A-containing epoxy resin, oligoamides containing secondary hydroxyl groups, and mixtures thereof.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-176572

(43)公開日 平成9年(1997)7月8日

(51)Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C09D 175/04	PHV		C09D 175/04	PHV
	PHN			PHN
	PHP			PHP
5/03	PNQ		5/03	PNQ
C09J 175/04	JFA		C09J 175/04	JFA
審査請求	未請求	請求項の数11	OL	(全8頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平8-335824

(22)出願日 平成8年(1996)12月16日

(31)優先権主張番号 19547205.5

(32)優先日 1995年12月18日

(33)優先権主張国 ドイツ (DE)

(71)出願人 390009173

ヒュールス アクチエンゲゼルシャフト
ドイツ連邦共和国、デー45764 マルル、
パウルーバウマンーストラーセ、1

(72)発明者 エルマール ヴォルフ

ドイツ連邦共和国 レックリングハウゼン
シュタウフェンベルクシュトラーセ 7

(74)代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外2名)

(54)【発明の名称】粉末ラッカー及びそれを用いて得られた被覆及び接着

(57)【要約】

【課題】 粉末ラッカー及びそれを用いて得られた被覆及び接着

【解決手段】 主として、(A)粉末形の、50℃未満で固体状の、160℃を超えると液状の、一般式I:

【化1】

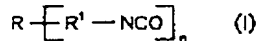


のポリイソシアナート成分及び(B)2級OH基と1級OH基との比が少なくとも3:1である、粉末形の、50℃未満で固体状の、160℃を超えると液状の有機ポリヒドロキシル成分から成り、その際、成分A及びBが、0.5:1~1.3:1のNCO:OH基の当量比にある混合物を含有する粉末ラッカー。

【特許請求の範囲】

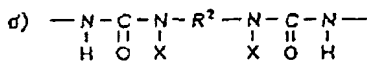
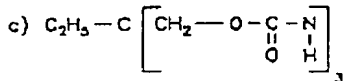
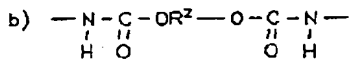
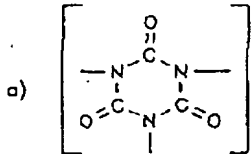
【請求項1】 粉末ラッカーにおいて、主として (A) 粉末形の、50℃未満で固体状の、160℃を超えると液状の、一般式 I :

【化1】



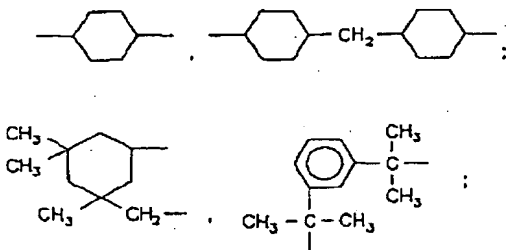
【式中、Rは、

【化2】



を表し、R²は、C₂~C₁₂- (環状) -アルキレンを表し、XはH及び/又はC₁~C₁₂- (環状) -アルキルを表し、R¹は、

【化3】



を表し、nは2~5を表す] のポリイソシアナート成分、(B) 2級OH基と1級OH基との比が少なくとも3:1である、粉末形の、50℃未満で固体状の、160℃を超えると液状の有機ポリヒドロキシル成分から成り、その際、成分A及びBが、0.5:1~1.3:1のNCO:OH基の当量比にある混合物を含有する粉末ラッカー。

【請求項2】 付加的に、粉末ラッカー技術から公知の助剤及び添加剤を含有する、請求項1に記載の粉末ラッカー。

【請求項3】 成分Aとして、イソホロンジイソシアナート (IPDI)、ビス (4-イソシアナトシクロヘキシル) -メタン (H₁₂MDI)、α,α',α'',α'''-テトラメチル-m-キシリレンジイソシアナート (m-TMXDI) 及びシクロヘキサン-1,4-ジイソシアナート (CHDI) の群から選択されたジイソシアナート

を含有している、請求項1又は2に記載の粉末ラッカー。

【請求項4】 ジイソシアナートAが鎖長延長されている、請求項1から3のいずれかに記載の粉末ラッカー。

【請求項5】 鎖長延長が、三量化によるか又はポリオール若しくはジアミンの不足量を用いて行われる、請求項4に記載の粉末ラッカー。

【請求項6】 エチレングリコール、ブタンジオール、ヘキサジオール、デカンジオール、ドデカンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-ジメチロールシクロヘキサン、1,1,1-トリメチロールプロパン、1,2,6-ヘキサントリオールの群から選択されたポリオールを含有する、請求項5に記載の粉末ラッカー。

【請求項7】 2,2,4 (2,4,4) -トリメチルヘキサメチレンジアミン、2-メチルペンタメチレンジアミン、N,N'-ジヘキシル-イソホロンジアミン、N-イソプロピル-イソホロンジアミン、N-シクロヘキシルプロパン-1,3-ジアミンから選択されたジアミンを含有している、請求項5に記載の粉末ラッカー。

20 【請求項8】 成分BとしてビスフェノールAをベースとするエポキシ樹脂を含有している、請求項1から7のいずれかに記載の粉末ラッカー。

【請求項9】 ポリオールとしてポリエステルを含有しており、その際、これは、下記の成分:

1. 環状ポリカルボン酸、例えばフタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、トリメリット酸無水物、ジメチルテレフタル酸並びに非環式ポリカルボン酸、例えばアジピン酸、2,2,4 (2,4,4) -トリメチルアジピン酸、ドデカン二酸及び、

30 2. ポリオール、例えばエチレングリコール、1,2-プロパンジオール、1,3-ブタンジオール、2,2-ジメチルプロパンジオール、4,4'-ジヒドロキシジシクロヘキシルプロパン-2,2',1,4'-シクロヘキサンジオール、トリメチロールプロパンを縮合導入して含有することを特徴とする、請求項1から8のいずれかに記載の粉末ラッカー。

【請求項10】 成分Bとして、2級OH基を有するオリゴアミドを含有している、請求項1から9のいずれかに記載の粉末ラッカー。

40 【請求項11】 請求項1から10のいずれかに記載の粉末ラッカーを使用する、粉末ラッカー技術の方法により得られる、任意の耐熱性支持体の被覆及び接着。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、有機ポリヒドロキシル化合物と架橋剤としての有機ポリイソシアナートとの組み合わせをベースとする新規粉末ラッカー及び、この粉末ラッカーを任意の耐熱性支持体上に被覆を製造するために使用することに関する。

【0002】 ヒドロキシル基含有樹脂をマスクされたポ

リイソシアナートと反応させることにより得られる熱硬化性の粉末形の組成物は、技術水準であり、広く普及され使用されている。マスクされたポリイソシアナートの中で、PUR粉末硬化剤として、 ϵ -カプロラクタムでブロックされたイソホロンジイソシアナート付加生成物が価値を認められている。この硬化剤を用いて製造されたPUR粉末は、その優れた耐候性及び熱色安定性 (Wärmefarbstabilität) により優れた地位を占めている。

【0003】

【従来の技術】このように、ドイツ特許公開 (DE-O S) 第2105777号明細書中には、PUR粉末の硬化剤として、一連の利点により、殊に ϵ -カプロラクタムでブロックされた、イソホロンジイソシアナート (略: IPDI) の付加生成物及びジオール又はトリオールが挙げられている。

【0004】ドイツ特許公開第2542191号明細書中ではIPDI、 ϵ -カプロラクタム、ジオールとトリオールから成る混合物であるポリオールとから成るブロックされたポリイソシアナート及び熱時に硬化可能な粉末形の被覆組成物を (ヒドロキシル基を有するポリマーとの組み合わせで) 製造するためのその使用が請求されている。

【0005】ドイツ特許公開第2735497号明細書 (≒米国特許第4246308号明細書) 中では、ヒドロキシル基含有ポリエステル、ポリアクリレート又はエポキシ樹脂から成る粉末形のPURラッカーが請求されており、これは、 ϵ -カプロラクタムブロックのためのポリイソシアナート成分としてイソシアナトイソシアヌレート及び場合によってはオリゴマーが、モノマーのIPDIと共に使用されることを特徴とする。

【0006】ドイツ特許公開第2707656号明細書 (≒米国特許第4150211号明細書) 中には、同第2735497号明細書におけると同様な結合剤組成物が存在し、その際、硬化剤成分としては、その遊離NCO基が ϵ -カプロラクタムでブロックされている、部分的に三量化されたIPDI/ヘキサメチレンジイソシアナート/トリレンジイソシアナート混合物が使用されている。

【0007】ドイツ特許公開第3004876号明細書中には、 ϵ -カプロラクタムでブロックされた、IPDIの付加生成物とポリオールとから成るブロックされたポリイソシアナートが請求されており、その際、その付加生成物は、OH 1当量当たりNCO 3.3~8当量を有する。このブロックされたIPDI付加生成物を用いてPUR粉末ラッカーが製造される。

【0008】ドイツ特許公開第3143060号明細書中には、脂肪族ジアミンを用いるIPDIの鎖長延長及び引き続く ϵ -カプロラクタムブロックにより得られる反応生成物を硬化剤成分として含有するPUR粉末が記

載されている。

【0009】 ϵ -カプロラクタムでブロックされたIPDI誘導体からは、好適なヒドロキシル化合物とともに焼き付ける際に、良好な流動性、高い硬さ及び弾性並びに良好な耐薬品性により優れているラッカーが得られる。しかしながら、このPUR粉末ラッカーの欠点は、約180~200℃の焼き付け温度である。このPUR粉末ラッカーのもう一つの欠点は、 ϵ -カプロラクタムの分離に見られ、これは、粉末ラッカーの加工の際に排気の浄化及びブロック剤の回収のための特別な事前の対策を不可欠にする。

【0010】他のブロック剤の選択により高い焼き付け温度を引き下げる実験には欠けていなかった。このように、例えばオキシム (ドイツ特許公開第2200342号、ヨーロッパ特許公開 (EP-O S) 第0432257号、米国特許第3857818号明細書)、トリアゾール (ドイツ特許公開第2812252号明細書)、環状アミジン (ドイツ特許公開第2744721号明細書) 又は第2級アミン (ドイツ特許公開第3434881号明細書) が、PUR粉末ラッカー硬化剤を得るための、より低い分解温度を有するブロック剤として提案された。

【0011】しかしながら、粉末ラッカー中にブロック剤が含有されていることの根本的な欠点は、これによって除去されていない。

【0012】粉末ラッカー中にブロック剤が含有されていることの根本的な欠点は、末端にウレタン基、尿素基又は遊離NCO基を有する、ブロック剤不含の線状ウレトジオン基及びウレタン基含有IPDI誘導体を使用 (ヨーロッパ特許 (EP-A) 第0045994号、同第0045996号又は同第0045998号明細書) することにより取り除くことができた。しかしながら、この硬化剤の製造は、経費のかかる技術と結び付いている。

【0013】同じことが、ドイツ特許公開第3624775号明細書のPUR粉末ラッカーに当てはまり、その中では、硬化剤成分として、40℃未満で固体状で150℃を超えると液状であり、かつイソシアナート基のためのブロック剤を有しないポリイソシアナートが使用される。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の課題は、技術水準の欠点を有しない、ブロック化剤不含のPUR粉末ラッカーを見出すことであつた。

【0015】

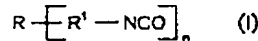
【課題を解決するための手段】この課題は、硬化剤として、遊離NCO基を有する脂環式ジイソシアナートの固体状付加生成物及び樹脂成分として、2級OH基を有するポリマーを使用することにより解決された。

【0016】従って、本発明の目的物は、主として

(A) 粉末形の、50℃未満で固体状の、160℃を超えると液状の一般式 I :

【0017】

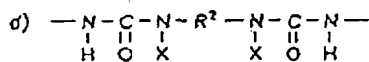
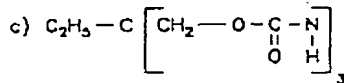
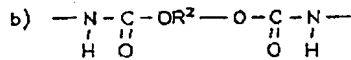
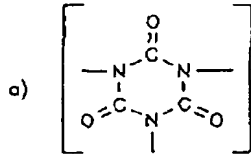
【化4】



【0018】【式中、Rは、

【0019】

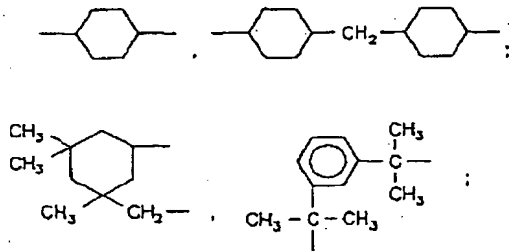
【化5】



【0020】を表し、R²は、C₂~C₁₂- (環状) - アルキレンを表し、XはH及び/又はC₁~C₁₂- (環状) - アルキルを表し、R¹は、

【0021】

【化6】



【0022】を表し、nは2~5を表す] のポリイソシアナート成分、(B) 2級OH基と1級OH基との比が少なくとも3:1である、粉末形の、50℃未満で固体状の、160℃を超えると液状の有機ポリヒドロキシル成分から成り、その際、成分A及びBは、0.5:1~1.3:1のNCO:OH基の当量比にある混合物を含有する粉末ラッカーである。

【0023】本発明の目的は、粉末ラッカー技術の方法により任意の耐熱性支持体の被覆及び接着を製造するために、この粉末ラッカーを使用することでもある。

【0024】本発明によるラッカー組成物の成分Aを製造するための出発化合物は、次のジイソシアナートであ*

＊：イソホロンジイソシアナート (IPDI)、ビス (4-イソシアナトシクロヘキシル) - メタン (H₁₂MDI)、α, α, α', α' - テトラメチル - m - キシリレンジイソシアナート (m-TMXDI) 及びシクロヘキサン-1,4-ジイソシアナート (CHDI)。これらのジイソシアナートに、三量化、不足量のポリオール及びジアミンとの反応により達成される分子拡大を行う。三量化による分子拡大は、IPDI及びH₁₂MDIの場合に有利であることが実証された。ここでは、このジイソシアナートを、80℃で第4級アンモニウム塩0.2~0.4%と約40%まで反応させる。未反応のジイソシアナートを、次いで薄層蒸留により反応生成物から除去する。このイソシアナート基含有ポリイソシアナートを、低いOH官能性を有するポリオールBに使用するのが有利である。

【0025】ポリオールを用いる分子拡大は、上記の全てのジイソシアナートに同様に良好に適用することができる。その際、ジイソシアナートをポリオールと共に、(1.5~2):1、有利には2:1のNCO:OH当

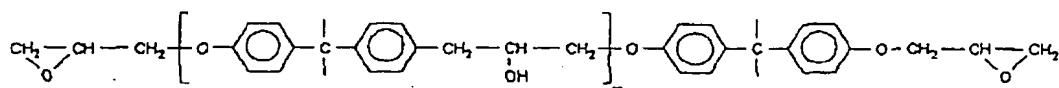
20 量比で、融液状態で80~150℃で、OH 1当量当たりNCO 1当量が消費されるまでの間加熱する。記載のジイソシアナートを鎖長延長するためのポリオールとしては、基本的に全ての低分子のジオール及びトリオールがこれに該当し、エチレングリコール、ブタンジオール、ヘキサンジオール、デカンジオール、ドデカンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-ジメチロールシクロヘキサン、1,1,1-トリメチロールプロパン、1,2,6-ヘキサントリオールが特に好適であることが実証された。

30 【0026】ジアミンを用いる分子拡大の際には、180℃まで加熱されたジイソシアナートにジアミンを、温度が220℃を超えて上昇しないように少量宛添加する。次いで、それを、その間に生じる沈殿が溶解するまで220℃で更に加熱する。この場合には、直ちに室温まで冷却する。ジアミンとしては、基本的に全ての低分子量の第1級及び第2級ジアミンがこれに該当するが；2,2,4(2,4,4)-トリメチルヘキサメチレンジアミン、2-メチルペンタメチレンジアミン、N,N'-ジヘキシル-イソホロンジアミン、N-イソプロピル-イソホロンジアミン、N-シクロヘキシルプロパン-1,3-ジアミンを使用するのが有利である。

【0027】本発明によるラッカーを得るために使用されるべきポリオールBは、2級OH基を有するポリマー、例えばビスフェノールAベースのエポキシド樹脂：

【0028】

【化7】



【0029】〔式中、mは2~10を表す〕である。

【0030】このEP樹脂は、固体状のポリイソシアナートAと組み合わせて、有利に金属接着を得るために使用される。

【0031】2級OH基を有するポリオール（成分B）として使用されるべき他のヒドロキシル基含有化合物は、主要成分として下記の化合物を縮合導入して含有しているポリエステルである：

1. 環状ポリカルボン酸、例えばフタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、トリメリット酸無水物、ジメチルテレフタレート及び非環式ポリカルボン酸、例えばアジピン酸、2,2,4(2,4,4)-トリメチルアジピン酸、ドデカン二酸、

2. ポリオール、例えばエチレングリコール、1,2-プロパンジオール、1,3-ブタンジオール、2,2-ジメチルプロパンジオール、4,4'-ジヒドロキシジシクロヘキシルプロパン-2,2、1,4-シクロヘキサジオール、トリメチロールプロパン。

【0032】ポリエステルは、自体公知の方法でエステル化又はエステル交換により、場合によっては慣用の触媒の存在下に製造し、その際、COOH/OH比の適切な選択により、そのヒドロキシル価が25~250、有利には40~150である最終生成物が得られる。

【0033】ポリエステルの軟化温度は、それを70~120℃の温度で、本発明による被覆剤の製造のために不可欠な添加剤と共に加工することができる程に低くしなければならない。軟化温度は、他方で、そのポリエステルから得られた本発明によるラッカーを粉砕して、塊にならず約20~約120μmの粒子寸法を有する、自由に流れる粉末にすることができる程に高くしなければならない。

【0034】2級OH基を有するポリエステルの簡単な製法は、1級OH基を有するポリエステルの乳酸メチルエステルとエステル交換することである。

【0035】2級OH基を有するポリマーのもう一つの製法では、末端にNH₂基を有するオリゴアミドを乳酸メチルエステルと、120~150℃でメタノールの分離下に反応させる。塩基性オリゴアミドは、公知の方法で脂肪族ジカルボン酸又はそのエステル、例えばアジピン酸、2,2,4(2,4,4)-トリメチルアジピン酸、セバシン酸、デカンジカルボン酸、ドデカンジカルボン酸と（環状）脂肪族第1級ジアミン、例えばヘキサメチレンジアミン、2,4,4(2,2,4)-トリメチルヘキサメチレンジアミン、イソホロンジアミン、4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタン、3,3'-ジメチル-4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタン、ドデカンジアミンとの縮合により製造される。塩基性オリゴアミドの分子量は、300~3000、有利に1000~2000であり、ジアミンとジカルボン酸とのモル比により調整する。

【0036】場合によっては共に使用されるべき助剤及び添加剤は、例えば顔料、例えば二酸化チタン、レベリング、例えばポリブチルアクリレート又はポリシリコンをベースとするそれである。同時に粉末形の1成分（IK）接着剤として使用することができる直ぐ使用できる粉末ラッカーの製造のために、ポリイソシアナート成分Aとポリヒドロキシル成分Bとを共に混合し、場合によっては添加剤Cを加え、例えば押出機又は混練機上で、各成分の融解範囲を上回る温度、例えば80~120℃で合わせて均一な物質にする。この融液の冷却後に生じる固体を、引き続いて粉砕し、篩により100μmを上回る粒子分を除去する。直ぐ使用できる粉末ラッカーを出発物質から製造するためには、各成分の融解範囲を上回る温度まで短時間加熱することのみが必要である。成分AとBとの間の特記すべき反応は起こらない。このことが起こる場合には、このことは硬化された粉末ラッカーの強い流動障害で認識できる。

【0037】こうして製造された粉末ラッカーは、慣用の粉末塗装法、例えば静電粉末噴霧又は流動浸漬塗装により、被覆されるべき支持体上に施与することができる。この被覆の硬化は、150~180℃、有利に160℃まで、10~30分間加熱することにより行われる。優れた耐食性及び非常に良好な熱色安定性を有する、硬い、光沢のある弾性被覆が得られる。本発明による粉末ラッカーを用いて得られる金属接着は、室温で、比較的高い温度の場合でも高い引張剪断強さ（DIN 53283）を有する。

【0038】

【実施例】

I. NCO成分の製造

1. IPDI 1000重量部を80℃まで加熱した。強い攪拌下に、ダブコ（Dabco：登録商標）TMR（Air社製品）2重量部を添加した。温度は125℃まで上昇した。この最大温度に達した後に反応は終了していた。反応混合物のNCO含有率は、30.5%であった。

【0039】第2工程で、未反応のIPDIを180℃/0.1ミリバールで薄層蒸発器中で反応生成物から分離した。この反応生成物は、NCO含有率17.2%、IPDI含有率0.5%を有した。融解範囲は、92~96℃であった。平均NCO官能価は約3.4であった。

【0040】2. IPDI 444重量部に100℃で1,4-ビス（ヒドロキシメチル）-シクロヘキサン（CHDM）144重量部を添加した。CHDM添加の終了後に、なお100℃で、この反応混合物のNCO含有率が14.1%になるまで更に加熱した。

【0041】この反応混合物は、融解範囲52~62℃、モノマー含有率5.3%を有した。NCO官能価は2であった。

【0042】II. OH成分の製造

1. 使用物質:

ジメチルテレフタレート 8.75 モル

アジピン酸ジメチルエステル 1.0 モル

テレフタル酸 3.25 モル

プロパンジオール-1,2 13.25 モル

トリメチロールプロパン 0.75 モル

これらの使用物質から、公知の方法により、下記の特性値を有するポリエステルを製造した:

物理的データ:

OH数: KOH 48 mg/g

酸価: KOH 6 mg/g

メチルエステル末端基: KOH 0.4 mg/g

融解範囲: 84~90°C

ガラス転移温度 (DTA): 55~62/57°C

モル比: 2級OH: 1級OH (NMRにより測定): 4.1:1

2. エポキシド基含有ポリオール

この使用例においては、ポリオール成分として、Shell社のヒドロキシル基含有エポキシド樹脂を使用した。このEP樹脂は、製造者により下記の特性値により特徴付けられている。

【0043】EP当量: 875~975

*

第1表

ブラベンダー・プラストグラフでの ポリオール及びポリイソシアナートの混練挙動				
ポリオール	ポリイソシアナート	OH:NCO	架橋するまでの 混練時間 [分]	
			100 °C	120 °C
a)*アルフタレート (Alftalat) AN 739 (1級OH基を有する オキシエステル)	I. 1	1:1	充填の際に 架橋した	-
b) アルフタレート AN 739	I. 2	1:1	1	-
c) II. 2	I. 1	1:1	32	13
d) II. 2	I. 2	1:1	35	17

【0046】*Hoechst社のポリエステル; OH価: KOH 56~60 mg/g; このポリエステルのブロックされたIPDI付加生成物と組み合わせてPUR粉末の製造のために使用する。

【0047】IV. 粉末ラッカーの製造

ヒドロキシル基含有ポリエステルII. 1 49.6重量部、例I. 1に従って製造されたポリイソシアナート10.4重量部及び白色顔料、TiO₂、クロノスRN57P (Kronos RN 57 P: 登録商標) 40重量部を固体ミキ

*OH当量: 約300

融点 [°C]: 96~104

3. この使用例においては、ポリオール成分として、Shell社のもう一つのEP樹脂を使用した。このEP樹脂は、製造者により下記の特性値により特徴付けられている。

【0044】EP当量: 450~500

OH当量: 約310

融点 [°C]: 64~74

10 III. ポリイソシアナートに対する1級及び2級OH基を有するポリオールの反応性比較

樹脂/硬化剤-混合物の反応性に関する指標は、この混合物を混練室 (Knetkammer) 中で100~120°Cの温度で混練し、時間に依存する混練抵抗 (Knetwiderstand) を追跡することにより得られる。反応が起こるほど、粘度及びそれとともに混練抵抗が上昇する。架橋が起こる場合には、これは混練抵抗の急な上昇に結び付いているが、但しこれは直ぐに再び強く (ほぼゼロまで) 低下する。この架橋された生成物は微細に粉碎され、混練機に抵抗を殆ど示さない。

【0045】

【表1】

サー中で十分に混合し、引き続き、組成物温度95~100°Cで押し出した。硬化された融液を、粒子寸法<100µmまで粉碎した。こうして得られた粉末ラッカーを、1mmの鋼試験薄板上に静電的に施与した。

【0048】このラッカーを種々の硬化条件下に焼き付け、24時間後にラッカー技術上の試験にかけた。

【0049】

【表2】

焼き付け条件	SD	HK	HB	ET	GS	裏面 衝撃	GG 60 °C
時間 / 温度 分 / °C							
30 180	60-70	195	111	> 10	0	> 944,6	89
20 180	65-80	193	111	> 10	0	> 944,6	88
30 160	50-60	188	125	> 10	0	> 944,6	91
20 160	60-70	192	111	5,6-7,1	0	115,2	92

表中の略語は：

- SD ≡ 膜厚 (μm)
 HK ≡ ケーニッヒによる振り子減衰 (Pendeldämpfung) (秒)
 (DIN 53157)
 HB ≡ ブッホルツ (Buchholz) による硬さ (DIN 53153)
 ET ≡ エリクセンによる深さ (mm) (DIN 53156)
 GS ≡ クロスカット試験 (DIN 53151)
 GG 60 °C ≡ ガードナーによる光沢の測定 (ASTM-D523)
 Imp. rev. ≡ 裏面衝撃 (g. m)
 を表す。

【0050】V. 本発明による粉末ラッカーを用いる金属接着

OH基を有するBをポリイソシアナートAと共にOH:NCO比2:1及び1:1で強く混合し、100°Cで押出し、微細に粉碎し、接着させるべき、スコッチブライト (Scotch Brite) を用いて洗浄された鋼薄板 (1.5 mm厚) 上にふるいかけ、これを硬化が終了するまでね*

*ヒランプを用いて固定させた。硬化は180°Cで行った。これらのDIN 53283に従って接着された鋼薄板の引張剪断強さを次の表にまとめた。(第3表を参照)。

【0051】

【表3】

第3表

粉末形の1成分接着剤の組成				St / St ZSF N/mm ² (DIN 53 283)		
例番号	硬化剤	樹脂	混合比 NCO : OH	硬化	室温	80 °C
1	I.1	II.2	1 : 1	↑ 180 °C で 30 分 ↓	12	13
2	I.1	II.2	1 : 2		16	14
3	I.2	II.2	1 : 1		11	11
4	I.2	II.2	1 : 2		19	15
5	I.1	II.3	1 : 1		16	16
6	I.1	II.3	1 : 2		11	10
7	I.2	II.3	1 : 1		18	16
8	I.2	II.3	1 : 2		10	11

【0052】St: 鋼

ZSF: 引張剪断強さ

フロシトページの続き

(51)Int.Cl. ^e	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 J 175/04	J F B		C 0 9 J 175/04	J F B
	J F F			J F F
// C 0 8 G 18/32	N D S		C 0 8 G 18/32	N D S
18/42	N D W		18/42	N D W
18/58	N E K		18/58	N E K
18/72	N F F		18/72	N F F